

# **1-COMPONENT LOW TEMPERATURE/PRESSURE FIXING TONER**

**Publication number:** JP61228459

**Publication date:** 1986-10-11

**Inventor:** MAASERU FUJITSUPU BURETON; KAA PII  
ROTSUKU; JIYON RODORITSUKU CHIYAARUZU F

**Applicant:** XEROX CORP

**Classification:**

- **International:** G03G9/08; G03G9/08; (IPC1-7): G03G9/08

- **European:**

**Application number:** JP19860067016 19860325

**Priority number(s):** US19850718676 19850401

**Report a data error here**

Abstract not available for JP61228459

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

# 引用文献: 2

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-228459

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)10月11日

G 03 G 9/08

B-7381-2H

審査請求 未請求 発明の数 2 (全9頁)

⑮ 発明の名称 一成分低温圧力定着性トナー組成物

⑯ 特 願 昭61-67016

⑰ 出 願 昭61(1986)3月25日

優先権主張 ⑱ 1985年4月1日 ⑲ 米国(US) ⑳ 718676

㉑ 発 明 者 マーセル フィリップ カナダ国エム6ジー 2テイー3, オンタリオ, トロント, ユークリッド アベニュー 569  
ブレトン

㉒ 発 明 者 カー ビー, ロック カナダ国エル5 ビー2エックス7, オンタリオ, ミシシ  
ウガ, シュガーブッシュ ロード 4278

㉓ 発 明 者 ジョン ロドリック カナダ国エム8ブイ1ゼット5, オンタリオ, トロント,  
チャールズ フラー レイクシヨー ドライブ 53

㉔ 出 願 人 ゼロックス コーポレ アメリカ合衆国ニューヨーク州ロチェスター ゼロックス  
ーション スクエア(番地なし)

㉕ 代 理 人 弁理士 浅 村 皓 外2名

## 明 細 書

### 1. 発明の名称

一成分低温圧力定着性トナー組成物

### 2. 特許請求の範囲

(1) 界面重合法によつて生じた重合体シエル材料内にカプセル化された約50重量%〜約75重量%の量のマグネタイト粒子と約50,000〜約100,000の分子量のポリイソブチレンとを有するコアからなる改善された一成分低温圧力定着性トナー組成物。

(2) コア中に約50,000〜約80,000の分子量のポリイソブチレン重合体が含まれている、特許請求の範囲第1項の改善された一成分低温圧力定着性トナー組成物。

(3) マグネタイトが酸化鉄の混合物からなる、特許請求の範囲第1項の改善された組成物。

(4) マグネタイト粒子が50重量%〜約60重量%の量で存在している、特許請求の範囲第1項の改善された組成物。

(5) ポリイソブチレン重合体 that 約10重量%〜約

30重量%の量で存在している、特許請求の範囲第1項の改善された組成物。

(6) 重合体シエルがポリ尿素またはポリアミド樹脂である、特許請求の範囲第1項の改善された組成物。

(7) 重合体シエルが約0.01μ〜約1μの厚さを有する、特許請求の範囲第1項の改善された組成物。

(8) 重合体シエルが0.3μの厚さを有する、特許請求の範囲第1項の改善された組成物。

(9) 画像形成用表面上に静電潜像を形成した後、この像を特許請求の範囲第1項のトナー組成物で現像し、その後その像を通する基体へ転写し、そしてそこへその像を約80ポンド/インチ〜約200ポンド/インチの線圧に保たれた圧力ロールによつて定着することから成る、静電写真画像形成方式における像の現像方法。

(10) 圧力ロールが80ポンド/インチの線圧を生じる、特許請求の範囲第9項の画像形成方法。

(11) 定着後に低光沢仕上りの画像が得られる、特

特許請求の範囲第9項の画像形成方法。

02 マグネタイト粒子が酸化鉄の混合物からなる、特許請求の範囲第9項の画像形成方法。

03 マグネタイト粒子が約50重量%～約60重量%の量で存在する、特許請求の範囲第9項の画像形成方法。

04 ポリイソブチレン重合体が10重量%～約30重量%の量で存在する、特許請求の範囲第9項の画像形成方法。

05 重合体シエルの厚さが約0.1μ～約1.0μである、特許請求の範囲第9項の画像形成方法。

06 定着後に優れた防クリース・防スミア性の画像が得られる、特許請求の範囲第9項の画像形成方法。

07 定着後にカーボン紙効果を示さない画像が得られる、特許請求の範囲第9項の画像形成方法。

### 3. 発明の詳細を説明

#### 発明の背景

本発明は一般に改善された低温圧力定着性トナー組成物に関し、特に本発明は界面重合によつて

電像の現像は周知である。これ等方法の多くの場合、静電潜像は光導電体部材上に形成され、そしてその像は樹脂粒子とカーボンブラックからなるトナー組成物によつて現像される。次いで、その現像像は適する基体へ転写され、そこで熱によつて定着が行われる。従つて、トナー像の最終コピーはトナーが流動し始めてペーパーのような支持基体への粒子の融着が可能になる温度にトナーを加熱することによつて作成される。この定着法は一般にかなりの量のエネルギーを必要とし、従つて加熱加圧定着用部品を有する装置で最初のコピーを得るに先立つて、適切な融着のために十分な温度に達していなければならない。ラジアント、ペーパー、圧力、およびそれ等の組合わせを含むその他の類似の定着方法が知られている。

また、低温圧力融着も知られており、それは上記定着方法のいくつかに比らべて多数の利点を有し、第一に、含有されているトナー組成物が室温で定着できるので必要エネルギーが少なくてすむ。それにもかかわらず、従来の低温圧力定着システ

生成された重合体シエルによつてカプセル化されたマグネタイトと低分子量重合体（ポリイソブチレンを含む）とをコア成分として含有している一成分磁性圧力定着性カプセル化トナーに関する。本発明の一態様においてはマグネタイトと特定分子量のポリイソブチレンとの混合物をコアとして含有している一成分圧力定着性磁性トナー組成物が提供される。このコアは反応体の水性分散物中での界面重合によつて生じた圧力破裂性重合体シエルでカプセル化されている。また、マグネタイトコア粒子の表面は、最終トナー組成物の中によく分散されたマグネタイト粒子の望ましい高濃度を達成すると云う主な目的のために、ステアリン酸アンモニウムを含む様々なステアリン酸塩との化学反応によつて改質されることが出来る。本発明のトナー組成物は圧力定着、特に熱の不在下での圧力定着が選択される場合の静電写真画像形成方式（静電画像形成方式を含む）における像の現像を可能にするために有効である。

トナー材料を有する現像剤組成物を利用する静

ムに使用されている多くのトナー組成物は多数の欠点にわずらわされている。例えば、これ等トナー組成物は通常高い圧力下で融着されねばならず、かかる圧力は選択された組成物のトナー融着特性をひどく破壊する傾向がある。これは低解像度の画像を生じたり又は何ら画像を生じなかつたりする。また、これ等方法のいくつかににおいては、必要とされる高い圧力のせいではかなりの画像スミアを生じることがある。低温圧力定着システム用に改善されたトナー組成物を製造する試みがなされてきたが、多くの場合これ等組成物は室温での粒子の凝集、高い圧力下での不十分な流動性、ペーパーのような支持基体への永久接着の欠陥、不適切なプロセッシング温度、および、例えば公知の工業ジェットニング法や公知の流体エネルギーミリング法によつてかかる材料の製造を行うには不十分な脆性、等々を含む多数の望ましくない特性を有する。加えて、従来の低温圧力定着用トナー組成物はこれ等組成物が現像に使用されたときには場合によつては低い防クリース性および望ましくな

い低い防スミア性である高光沢の画像を生じると云うような他の欠点も有している。さらに、得られた画像は望ましくないことにはカーボン紙効果を示す。即ち、通常の取扱いによつて生じる圧力によつて、画像形成されている基体から隣接基体への完全な又は不完全な画像転写が起こる。或る情況においては、これ等欠点は特定のコート紙の使用によつて実質的に解消することができる。これに対して、本発明の圧力定着性一成分トナー組成物によつて現像された画像は普通紙上で低い光沢外観を有し、高い防スミア・防クリース性を有し、且つ実質的にカーボン紙効果が観察されない。

さらに従来技術を参考にすると、米特許第4,307,169号には圧力定着性コアとそのコアの上およびまわりに反応体の水性分散物中での界面重合によつて形成された圧力破裂性シエルからなるカプセル本体とを有するマイクロカプセル静電マーキング粒子が開示されている。この特許によれば、第2欄第10行以下を参考にすると、マイクロカプセル静電マーキング粒子は圧力破裂性

成物用に選択されたポリイソブチレン重合体は充填剤粒子間の網状形成をもたらし、それによつて得られるトナー複合体の機械的特性および粘着性の制御を可能にする。上記の特殊な相互作用は、本発明のトナー組成物および方法を用いると得られる画像が最小スミア及びペーパーのような基体への優れた永久定着を達成すると云うことで、従来のトナー組成物の多くに帰属していた問題を解消する。

さらに、米特許第4,407,922号には、硬質成分としてのポリステレン-コ-スチアリルメタクリレートと軟質成分としてのポリオクタルデシルビニルエーテル-コ-無水マレイン酸；および硬質成分としてのポリイソブチレンメタクリレート組成物と軟質成分としてのポリオクタルデシルビニルエーテル-コ-無水マレイン酸の重合体からなる群から選択された2種の不混和性重合体のブレンドからなり、軟質成分が約35重量%~約75重量%の量で存在し、そして硬質成分が約25重量%~約65重量%の量で存在する感圧ト

シエルの内側に含有されているカプセル化された圧力定着性着色物質とその上の残留物とから成る。特に、'169号特許のトナー組成物用に選択されたインキは有機もしくは無機顔料、マグネタイトもしくはフェライト、またはその他の磁化性物質であり、他方そのインキ用のキャリア媒体は溶剤または可塑剤（例えばフタル酸ジブチルを含む）から成つていてもよい。'169号特許のポリアミドシエルは界面重合法によつて形成される。本発明の圧力定着性磁性乾式トナー組成物は'169号特許に記載されているトナーに似ているが、例えば、'169号特許に使用するために選択された重合体とはその組成および性質が異なる重合体をコアに使用していることを含む多数の有意な特徴に差がある。具体的に云うと、本発明のトナー組成物のコア用に選択された重合体は低分子量のポリイソブチレン重合体であり、それはコア内でのこの重合体の望ましい分散の達成における悪影響を最小にしたがって例えば50重量%を超すマグネタイトの高添加を可能にする。加えて、本発明の組

ナー組成物が開示されている。

また、同時係属出願には、イン・シット(In-Situ)界面重合法によつて生成された重合体シエルによつてカプセル化されたマグネタイトとステレン-ブタジエン-ステレントリブロック共重合体のコア混合物から成る圧力定着性一成分磁性トナー組成物が開示されている。この同時係属出願の一つの具体的な態様においては、界面重合法によつて生成されたポリアミドシエルまたはポリ炭素組成物によつてカプセル化されたマグネタイトとステレン-ブタジエン-ステレントリブロック共重合体組成物と低分子量有機部分と有機溶剤とからなるコアを含有している乾式一成分磁性トナー組成物が提供される。この同時係属出願の発明の好ましい態様におけるマグネタイトは最終トナー組成物中に適切に分散されたマグネタイトの高濃度を得るために、ステアリン酸アンモニウムのようなステアリン酸塩を含む様々な適する物質との化学反応によつて改質されることができ。一成分低温圧力定着性カプセル化トナー組成物と題

するこの同時係属出願米国特許出願第621,307/84号の開示は全体に本願の参考になる。

さらに、従来技術には、重合体シエル中にカプセル化された好ましい顔料におけるマグネタイト粒子とカーボンブラックとを有する接着性軟質固体重合体コアからなるカプセル化トナー組成物が説明されている。重合体コアの例はオツパノールB-10のようなポリイソブチレンである。このポリイソブチレンは約40,000の分子量を有する。これに対し、本発明のために選択されたポリイソブチレンの分子量は約50,000〜約150,000である。また、この本発明の比較的高い分子量のポリイソブチレンの重合体分散能は界面重合法によつて製造されたトナー組成物に対して50%を越すマグネタイトの高添加を可能にし、同時に常温流動しない複合体を可能にする。さらに、本発明の上記トナー組成物はイメージング材料としてより有利に作用することを可能にさせる適切な粘着性および磁気感受性を有している。また、従来技術の低分子量ポリイソブチレン重合

体に比べて、比較的高分子量のポリイソブチレン重合体の存在は適切な定着、クリース、およびスミアの最適化に必要とされる増大した弾性を有するトナーをもたらす。従つて特に、従来の低分子量オツパノールB-10を含有する類似トナー組成物（このトナーは界面重合によつて製造されない）を用いると、スミアおよびオフセットの問題が存在し、さらに得られるトナーは噴霧乾燥から生じた悪い機械的性質を有することがある。これ等問題は本発明のトナー組成物では解消される。さらに、本発明のトナー組成物は界面重合によつて製造され、それは設計的には類似しているが、オツパノールB-10法よりも均一なばらつきのないシエルを可能にする。特に、本発明によつて得られるイン・シット界面重合トナーは複合シエルの形成をもたらす、従つて得られるトナー組成物の電気的および機械的性質をして相分離法によつて製造されたトナー組成物に比べて容易に制御されることを可能にする。

このように、改善されたトナー組成物、特に、

低温圧力定着法が選択される画像形成方式に使用するための乾式磁性トナー組成物が必要とされている。特に、選択された圧力で優れた流動性を示し、画像を永久的に定着すべき基体へ接着し、且つ高解像度の優れた画像をもたらす一成分低温圧力定着性乾式トナー組成物が依然必要とされている。さらに、融着後の画像がマット仕上りを有する改善されたカプセル化された一成分トナー組成物が依然必要とされている。さらに、シエルを界面重合法によつて形成できる乾式一成分トナー組成物が依然必要とされている。さらに、望ましい機能性機械的性質を有する乾式一成分磁性カプセル化トナー組成物の必要性が依然存在する。また、優れた定着特性を組合わせて有し且つカーボン紙効果を持たないマットまたは非光沢画像を可能にするカプセル化された乾式一成分トナー組成物が必要とされている。加えて、防クリース性画像を形成することを可能にするカプセル化された乾式一成分トナー組成物の必要性が依然存在する。さらに、クリース、定着、およびスミア特性が多く

の場合従来技術のものよりも優れているようなカプセル化された一成分トナーを可能にするトナー組成物を得るためのより適切に制御された方法が必要とされている。また、分子量および分子量分布を含むポリイソブチレン重合体の性質の最適化によつて従来の低分子量オツパノールB-10ポリイソブチレン重合体では達成できなかった特定の効果を可能にする改善されたカプセル化トナー組成物が必要とされている。これ等効果は例えば、トナー製品の増大した収率、優れた定着、高温での噴霧乾燥が可能であるによる残留溶剤の存在の最小化、および改善された機械的性質、等々である。

#### 発明の概要

本発明の目的は上記欠点のいくつかを克服した一成分トナー組成物を提供することである。

さらに本発明の目的はコアとしてマグネタイトと特定分子量の重合体組成物を含有する一成分圧力定着性トナー組成物を提供することにある。

さらに本発明の目的においてはマグネタイトと

分子量約50,000組のポリイソブチレンとのコアからなる一成分磁性乾式圧力定着性トナー組成物が提供される。

さらに本発明の目的においてはイン・シト界面重合法によつて得られた重合体シエルによつてカプセル化されたマグネタイトと特定ポリイソブチレンのコアを含有している圧力定着性一成分トナー組成物が提供される。

さらに本発明の目的はコア中の重合体として分子量50,000～約150,000のポリイソブチレンを、そしてイン・シト界面重合法によつて生成されたシエルとしてポリアミドまたはポリ尿素組成物を含有している一成分磁性乾式圧力定着性トナー組成物を提供することにある。

さらに本発明の目的は静電画像形成法に使用するために選択されたときに圧力による定着後に優れた解像度の最終画像を可能にし且つ実質的にペーパーカレンダリングを越えさない乾式一成分圧力定着性トナー組成物を提供することにある。

さらに本発明の目的においては静電像の現像の

によつてカプセル化した一成分乾式圧力定着性トナー組成物の提供によつて達成される。特に一態様においては、イン・シト界面重合法によつて生成された重合体シエルの中にカプセル化されたマグネタイトと分子量50,000g/モル～

150,000g/モルのポリイソブチレンとのコア混合物からなる圧力定着性一成分磁性トナー組成物が本発明によつて提供される。本発明の具体的な重要な一態様においては、界面重合法によつて生成されたポリアミドシエルまたはポリ尿素組成物によつてカプセル化されたマグネタイトと分子量約50,000g/モル～約100,000g/モルのポリイソブチレンとの混合物から成るコアから本質的に成る乾式一成分磁性トナー組成物が提供される。本発明の別の好ましい態様におけるマグネタイトは最終トナー組成物中に適切に分散された高濃度のマグネタイトを達成するためにステアリン酸アンモニウムのようなステアリン酸塩を含む様々な適切な物質との化学反応によつて改質されることが出来る。

ために選択されたときに圧力融着法を用いて融着後の普通紙上にマット仕上りの画像の形成を可能にする一成分磁性トナー組成物が提供される。

さらに本発明の目的においてはトナー溜め中のマシン取扱いに耐えることができる機械的靱性を有する一成分磁性トナー組成物が提供される。

さらに本発明の目的においては静電潜像の現像用に選択されたときに圧力融着法によつて普通紙上に優れた防スミア・防クリース性の画像が得られる一成分磁性トナー組成物が提供される。

さらに本発明の目的においては静電潜像の現像用に選択されたときに圧力融着法を用いて普通紙上にカーボン紙効果を持たない画像を生じる一成分磁性トナー組成物が提供される。

さらに本発明の目的は静電潜像の現像用に選択されたときに圧力融着法を用いて普通紙上に高解像度の画像を生じる一成分磁性トナー組成物を提供することにある。

本発明のこれ等およびその他目的は特定重合体組成物を成分として含有するコアを重合体シエル

トナーコアの磁気成分はプフィーツァー社から入手できるマグネタイトM0-7029、M0-8029、およびM0-4431；コロンビア社から入手できるマビコブラックマグネタイト；モーベイケミカルから入手できるベイフエロックスマグネタイト、酸化鉄の混合物、等々のような商業的に入手できるものを含む多数の適する材料から成り、マグネタイト7029および8029が好ましい。このマグネタイトは例えば本発明の目的が達成できる限り他の成分の特性に応じて様々な有効量で存在し得る。しかしながら、一般に、約50重量%～約75重量%のマグネタイト、好ましくは約50重量%～約60重量%のマグネタイトがトナーコア中に存在する。本発明のトナー組成物に関連した重要な利点はここに記述されている理由で従来トナーの多くで達成できない50重量%超のマグネタイトがコア中に導入できると云うことにある。

また、本発明の別の態様においては、ここに指摘されているように、選択されたマグネタイトが

ステアリン酸アンモニウムを含む様々な通ずる物質との化学的反応によつて処理された表面を有していてもよい。この処理は最終トナー組成物中に高濃度の分散マグネタイトを得るために主として効果がある。特に、化学処理はステアリン酸と水酸化アンモニウムとの混合物の存在下でマグネタイトを加熱することによつて行われる。得られた物質の熱重量分析および疎水性によつて、化学的改質が行われたことを確認した。

様々な特定の通ずる重合体は、それ等がトナー組成物の粘弾性の最適化を可能にする分子量即ち約50,000～150,000、好ましくは50,000超～約100,000の分子量を有する限り、本発明のトナー組成物のコア中に導入するために選択できる。これ等重合体の例はポリイソブチレン、ポリブタジエン、ポリブテン、ポリイソプレン、ポリシロキサン、上記組成物の共重合体例えばポリ(ステレン-ブタジエン)、およびその他の類似の均等重合体である。指摘された分子量を有するこれ等重合体の使用は例えば非常に低いまたは

コ-プロピレンオキシド)、またはヒドロキシエチルセルロースのような乳化安定剤の水溶液を調製した後、その中にカプセル化されるべきコア成分を分散することによつて乳液を生成する。カプセル化物質の乳化後、その乳液へ攪拌しながら水溶液状態のジエチレントリアミン含有アミンの第二反応性物質を添加する。攪拌はカプセル化されるべきコア成分の乳化液滴と水性相との界面にシエルとして重縮合ポリアミドまたはポリ尿素生成物が生成されるまで続行される。乾燥後、本発明の一成分磁性低温圧力定着トナー組成物が生成される。通ずる重合体シエルの厚さは本発明の目的が達成される限り様々なあり得るが、一般に、この厚さは約0.01 $\mu$ ～約1.0 $\mu$ 、好ましくは約0.05 $\mu$ ～約0.5 $\mu$ である。

本発明の具体的な一態様においては、界面重合によつて厚さ0.5 $\mu$ のポリアミドまたはポリ尿素シエル中にカプセル化された分子量50,000のポリイソブチレン10～20重量%と50重量%のマグネタイトM0-7029またはM0-8029

高い溶融粘度を有する例えば40,000のまたは150,000超の分子量を有する重合体では達成できない、ここに説明されているような改善された性質を有するカプセル化トナーを提供すると云うことで、本発明のトナー組成物の重要なパラメーターである。

本発明の目的が達成される限り、重合体コア組成物の様々な有効な通ずる量が選択可能であるが一般に約10重量%～約30重量%の重合体、好ましくは約15重量%～約25重量%の重合体コア中に導入される。

本発明のトナー組成物特にシエル材料は例えば米特許第4,000,087号に開示されているような界面重合法によつて製造され、この特許の開示は全体的に本願の参考になる。この方法は米特許第4,307,169号にも詳しく記述されており、その開示も全体的に本願の参考になる。特にポリアミドまたはポリ尿素重合体シエルの製造においては、まず、ポリビニルアルコール、ヒドロキシプロピルセルロース、ポリ(エチレンオキシド-

からなる低温圧力定着性一成分磁性トナー組成物を製造できる。

本発明のトナー組成物は静電潜像の現像に有効である。特に本発明によればセレンやセレン合金等の公知の光導電性部材を含む画像形成用表面上に像を形成し、該潜像を本発明の現像剤組成物と接触させた後その像を適切な基体へ転写し、そして線圧約80ポンド/インチ～約200ポンド/インチ、好ましくは約100ポンド/インチ～約150ポンド/インチを生じる低温圧力定着ロールによつて像をそこに固着することから成る静電潜像現像方法が提供される。使用できる低温圧力定着法およびシステムの例は日立およびシパーネットから入手できるものである。

下記実施例は本発明の具体的な態様をさらに明らかにするために提供されており、これ等実施例は本発明の例示であつて本発明の範囲を限定するものではないことに留意すべきである。部および%は別に指定されていない限り重量による。

さらに、下記実施例に関しては得られるトナー

粒子はコア材料からの揮発性有機溶剤の除去によつて起つたシワ表面を有していた。低温圧力融着で、これ等トナー粒子は平坦な形状を呈し、互いに融合し、そして紙へ強く接着した。しかしながら、画像部の微視的表面特徴は依然として粗形態であつて、マツト仕上りを生じた。また、定着および/またはスミアのレベルはテーバー摩耗機モデル503標準摩耗試験機によつて測定された。その場合、定着の定量的評価は摩耗の前と後の像パターンの光学濃度をマクベスTR927濃度計で測定することによつて得られた。得られた現像像はテーバー試験用に使用されたテストパターンの非画像部が摩耗後に光学濃度の増大を示さなかつたので本質的に防スミア性であつた。クリーンは画像シートの折りたたみを5回以上繰り返した後の減小濃度計で測定したときのベタ画像部から除去されたトナー量を意味する。

#### 実施例1

一成分圧力定着性磁性トナーを次のように製造した：

溶液500mlと2-デカノール（アルドリッチ・ケミカル社、ウイスコンシン）0.5mlへ添加された。それから、プリンクマンホモジナイザーPT10-35スピード5、ジェネレーターPT35/4を使用してポリビニルアルコール溶液中にコアを分散させた。その後、得られた分散物をさらに25秒間プリンクマンホモジナイザーPT10-35スピード7、ジェネレーターPT35/4で均質化した。それからホモジナイザーを取り除き、得られた乳液を機械的に撹拌した。10分後、水25ml中のジエチレントリアミン（アルドリッチ・ケミカル、ウイスコンシン）5mlを2分間かけて乳液へ滴加した。撹拌を3時間続行し、その間にア-フェニレンジイソシアネートとジエチレントリアミンとの界面重合によつてシエルが形成された。揮発分は65℃で16時間加熱することによつて除去された。室温に冷却した後、トナー生成物を磁石で沈降させた。それから上澄液を除去し、トナーを濾留水で3回（3×1000ml）洗浄した。その後、トナー生成物を5インチ250

まず、エクソンケミカル（テキサス）から入手できるポリイソブチレン・ゲイスタネックスLMMH 12gをシクロヘキサン50gに溶解した。得られた重合体溶液へ天然黒色酸化マグネタイトMO-8029（プフーツアーケミカル、ニューヨーク、NY）50gを添加した後同時に冷水での冷却およびプリンクマンホモジナイザーPT10-35スピード9、ジェネレーターPT20で100秒間均質化を行つた。その後、シカゴのアーマクケミカルから入手できるエラテ160即ちp-フェニレンジイソシアネート10gを20mlの塩化メチレン中にヒートガンで温めながら溶解し、それから、この混合物に上記ポリイソブチレン溶液を添加した。次いで、得られた混合物を冷水で冷却し、そしてプリンクマンホモジナイザーPT10-35スピード9、ジェネレーターPT20で60秒間均質化した。こうして得られたトナーコア材料は、サイエンティフィック・ポリマー・プロダクツ社（オンタリオ、NY）から入手できる88%水解ポリビニルアルコールの1%

メツシユ錦によつてろ過した。濾液スラリーに1gの流動剤Cab-O-Bil HB-5（キャボット・ケミカル、Tor. オンタリオ）を加えた後、15分間撹拌し、ボークエンから入手できる装置で噴霧乾燥した（入口温度120~130℃、出口温度80~85℃）。マグネタイト65重量%とポリイソブチレン16重量%のコアおよび平均厚さ0.3μmのシエル材料19重量%から成る噴霧乾燥トナーマイクロカプセルは静止試験の角度によつて自由流動性であることが判明し、そしてコーラカウンターによつて測定されたときに次のような粒子サイズを有していた： $d$ （直径） $84 = 7.9 \mu m$ 、 $d_{50} = 13.2 \mu m$ 、 $d_{16} = 20.4 \mu m$ 、GSD 1.55。このトナー生成物はゼログラフィー画像形成試験装置で2000 psiで低温圧力定着したとき（指でこすり続けても）スミアなしで4024未改質紙へ定着した。

#### 実施例2

マグネタイトMO-8029がその疎水性を増大させるためにステアリン酸アンモニウム0.5g



を添加されることによつて改質されたこと以外は実施例1の手順を繰返すことによつて一成分磁性トナーが製造された。改質マグネタイト65重量%とポリイソブチレン16重量%のコアおよび平均厚さ0.4 $\mu$ のシエル材料19重量%から成る噴霧乾燥トナーマイクロカプセルは静止試験の角度によつて自由流動性であることが判明し、そしてコーンターカウンターで測定したときに次のような粒子サイズを有していた： $d_{84}=7.8\mu$ 、 $d_{50}=15.2\mu$ 、 $d_{16}=25.0\mu$ 、GSD 1.64。このトナー生成物はゼログラフィ画面像形成試験装置で2000 psiで低温圧力定着したとき（指でこすり続けても）スミアなしで4024未改質紙へ定着した。

#### 実施例3

エラテ160の代りに、2,4-トルエンジイソシアネート（カルボラプス、ベタニー、CT）9gとデスモデュルR $\text{F}$ （モーベイ、ピッツバーグ）1gを塩化メチレン20mlに溶解したものを選択したことによつて、2,4-トルエンジイソ

なものを選択したことによつて、TDI-80とデスモデュルR $\text{F}$ とジエチレントリアミンとの界面重合によつて形成されたシエルを生じたこと以外は実施例1の手順を繰返すことによつて一成分磁性トナーが製造された。マグネタイト65重量%とポリイソブチレン16重量%のコアおよび平均厚さ0.3 $\mu$ のシエル材料19重量%から成る噴霧乾燥トナーマイクロカプセルは静止試験の角度によつて自由流動性であることが判明し、そしてコーンターカウンターで測定したときに次のような粒子サイズを有していた： $d_{84}=7.4\mu$ 、 $d_{50}=12.9\mu$ 、 $d_{16}=19.6\mu$ 、GSD 1.52。このトナー生成物はゼログラフィ画面像形成試験装置で2000 psiで低温圧力定着したとき（指でこすり続けても）スミアなしで4024未改質紙へ定着した。

また、上記トナー組成物を定着圧2000 psiのシバーネットCP-55低温圧力定着型静電画面像形成装置で使用したところ実質的にかぶりのない高解像度の画像が得られた。

シアネートとデスモデュルR $\text{F}$ とジエチレントリアミンとの界面重合によつて形成されたシエルを生じたこと以外は実施例1の手順を繰返すことによつて一成分磁性トナーが製造された。マグネタイト65重量%とポリイソブチレン16重量%のコアおよび平均厚さ0.4 $\mu$ のシエル材料19重量%から成る噴霧乾燥トナーマイクロカプセルは静止試験の角度によつて自由流動性であることが判明し、そしてコーンターカウンターで測定したときに次のような粒子サイズを有していた： $d_{84}=8.6\mu$ 、 $d_{50}=14.7\mu$ 、 $d_{16}=24.0\mu$ 、GSD 1.63。このトナー生成物はゼログラフィ画面像形成試験装置で2000 psiで低温圧力定着したとき（指でこすり続けても）スミアなしで4024未改質紙へ定着した。

#### 実施例4

エラテ160の代りに、TDI-80（2,4-と2,6-トルエンジイソシアネートの80/20混合物）9gとデスモデュルR $\text{F}$ （モーベイ、ピッツバーグ）1gを塩化メチレン20mlに溶解し

#### 実施例5

エラテ160の代りに、イソネート125M（4,4-ジフェニルメタンジイソシアネート（アプジョン、テキサス））9gとデスモデュルR $\text{F}$ （モーベイ、ピッツバーグ）1gを塩化メチレン20mlに溶解したものを選択したことによつて、イソネート125MとデスモデュルR $\text{F}$ とジエチレントリアミンとの界面重合によつて形成されたシエルを生じたこと以外は実施例1の手順を繰返すことによつて一成分磁性トナーが製造された。マグネタイト65重量%とポリイソブチレン16重量%のコアおよび平均厚さ0.3 $\mu$ のシエル材料19重量%から成る噴霧乾燥トナーマイクロカプセルは静止試験の角度によつて自由流動性であることが判明し、そしてコーンターカウンターで測定したときに次のような粒子サイズを有していた： $d_{84}=5.6\mu$ 、 $d_{50}=10.0\mu$ 、 $d_{16}=17.0\mu$ 、GSD 1.70。このトナー生成物はゼログラフィ画面像形成試験装置で2000 psiで低温圧力定着したとき（指でこすり続けて

も)スミアなしで4024未改質紙へ定着した。

#### 実施例6

エラナ160の代りに、塩化テフタロイル(アルドリッチ、ウイスコンシン)10gとパビ901(アプジョン、テキサス)2.5gを塩化メチレン20ml中にヒートガンによつて温めることによつて溶解したものを選択したことによつて、塩化テフタロイルとパビ901とジエチルアミントリアミンの界面重合によつて形成されたシエルを生じたこと以外は実施例1の手順を繰返すことによつて一成分磁性トナーが製造された。マグネタイト65重量%とポリイソブチレン16重量%のコアおよび平均厚さ0.3μのシエル材料19重量%から成る噴霧乾燥トナーマイクロカプセルは静止試験の角度によつて自由流動性であることが判明した。このトナー生成物はゼログラフイー画像形成試験装置で2000p<sub>01</sub>で低温圧力定着したとき(指でこすり続けても)スミアなしで4024未改質紙へ定着した。

#### 実施例7

ール(アルドリッチ・ケミカル社、ウイスコンシン)0.5mlへ添加された。次いで、プリンクマンホモジナイザーを使用してポリビニルアルコール溶液中にコアを分散させた。その後、得られた分散物をさらに20秒間プリンクマンホモジナイザーで均質化した。それからホモジナイザーを取り除き、得られた乳液を機械的に撹拌した。10分後、水25ml中のジエチレントリアミン(アルドリッチ・ケミカル、ウイスコンシン)5mlを2分間かけて乳液へ滴加した。撹拌を3時間続行し、その間にTDI-80とデスマデュルR<sub>7</sub>とジエチレントリアミンとの界面重合によつてシエルが形成された。揮発分は65℃で16時間加熱することによつて除去された。室温に冷却した後、トナー生成物を磁石で沈降させた。それから上澄液を除去し、トナーを蒸留水で3回(3×1000ml)洗浄した。その後、トナー生成物を5インチ250メッシュ篩によつてろ過した。濾液1ℓスラリーを5~15分間撹拌してから入口温度120~130℃、出口温度80~85℃で噴霧乾燥した。マグネ

一成分圧力定着性磁性トナーを次のように製造した:まず、グイスタネックスLMMH 12gをシクロヘキサン50gと塩化メチレン20mlの中に溶解した。得られた重合体溶液へ天然黒色酸化物マグネタイト(プフィーツアーケミカルからM0-8029として入手できる)50gを添加した後同時に冷水での冷却およびプリンクマンホモジナイザーPT45/80の9000rpm、ジエネレーターPT20で120秒間均質化を行った。その後、TDI-80(オリンクケミカルから入手できるトルエンジイソシアネートの2,4-と2,6-異性体の80/20混合物)9gおよびモーベイケミカルから入手できるデスマデュルR<sub>7</sub>1.6gを上記ポリイソブチレン混合物に添加した。次いで、得られた混合物を冷水で冷却し、そしてプリンクマンホモジナイザーで60秒間均質化した。こうして得られたトナーコア材料は、サイエンティフィック・ポリマー・プロダクツ社(オンタリオ、NY)から入手できる88%水解ポリビニルアルコールの1%溶液500mlと2-デカノ

イト65重量%とポリイソブチレン16重量%のコアおよび平均厚さ0.3μのシエル材料19重量%から成る噴霧乾燥トナーマイクロカプセルは静止試験の角度によつて自由流動性であることが判明し、そしてコールターカウンターによつて測定されたときに次のような粒子サイズを有していた: d<sub>84</sub> = 10.1 μm、d<sub>50</sub> = 15.8 μm、d<sub>16</sub> = 22.6 μm、GSD 1.43。このトナー生成物はゼログラフイー画像形成試験装置で2000p<sub>01</sub>で低温圧力定着したとき(指でこすり続けても)スミアなしで4024未改質紙へ定着した。

また、上記トナー組成物を定着圧2000p<sub>01</sub>のシパーネットCP-55低温圧力定着型静電画像形成装置で使用したところ実質的にかぶりのない高解像度の画像が得られた。

本発明は具体的な好ましい願様を参考に記述されているが、本発明はそれ等に限定されるものではなく、むしろ、当業者には本発明の思想および特許請求の範囲に含まれる変形や変更が可能であることが認識されよう。